

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-197325

(43)Date of publication of application : 01.08.1995

(51)Int.Cl.

D01F 9/127

(21)Application number : 05-337937

(71)Applicant : NEC CORP

(22)Date of filing : 28.12.1993

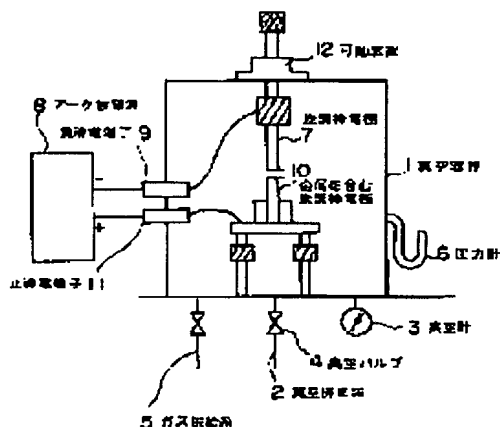
(72)Inventor : ICHIHASHI TOSHIYA  
MATSUDATE MASASHIGE

## (54) PRODUCTION OF SINGLE-LAYER CARBON NANOTUBE

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To produce a single-layer carbon nanotube in high efficiency.

**CONSTITUTION:** The production of nanotube by arc discharge is carried out by using a negative electrode 7 consisting of a carbon rod electrode and a positive electrode 10 produced by boring a hole through a carbon rod and inserting a metallic wire into the hole. The metallic wire inserted into the carbon rod enables the control of areal ratio of the carbon to metal exposed to the surface to enable the control of the amounts of carbon and metal evaporated by discharge and the mass-production of the nanotube. The yield of single-layer carbon nanotube can be improved by adding hydrogen to rare gas and hydrocarbon gas used as the carrier gas.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 14.03.1995

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2699852

[Date of registration] 26.09.1997

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-197325

(43) 公開日 平成7年(1995)8月1日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

D 0 1 F 9/127

審査請求 有 請求項の数 2 O L (全 3 頁)

(21) 出願番号 特願平5-337937

(22) 出願日 平成5年(1993)12月28日

(71) 出願人 000004237

日本電気株式会社

東京都港区芝五丁目7番1号

(72) 発明者 市橋 鋭也

東京都港区芝五丁目7番1号 日本電気株式会社内

(72) 発明者 松▲館▼ 政茂

東京都港区芝五丁目7番1号 日本電気株式会社内

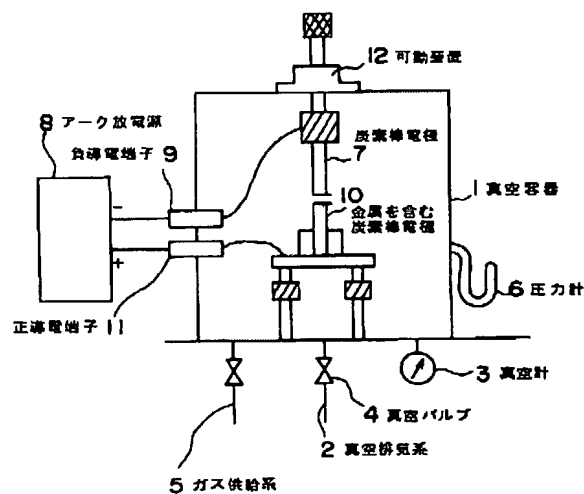
(74) 代理人 弁理士 京本 直樹 (外2名)

(54) 【発明の名称】 単層カーボンナノチューブの製造法

(57) 【要約】

【目的】 単層カーボンナノチューブを効率よく製造する。

【構成】 アーク放電を用いてナノチューブを生成するとき、負電極7は炭素棒電極で、正電極10として炭素棒に穴をあけ、そこに金属線を挿入したものを使う。炭素棒に金属線を挿入することで、表面に露出した炭素と金属の面積比を制御できるので、放電で蒸発する炭素と金属の量を制御できるようになり、大量に製造できる。さらに、キャリアガスとして希ガス、炭化水素ガスに加え、水素を添加することにより単層カーボンナノチューブ製造の収率を上げる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 放電電極の一方に炭素、他方に金属と炭素の混合物を用い、原料ガスに炭化水素を用いたアーク放電による単層カーボンナノチューブの製造法であって、金属と炭素の混合物の電極として、炭素棒に穴をあけ金属線を挿入することにより形成されたものを用いる単層カーボンナノチューブの製造法。

【請求項 2】 キャリアガスとしてヘリウムガスと水素ガスの混合ガスを用いる請求項 1 に記載の単層カーボンナノチューブの製造法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、黒鉛を基本構造とした炭素からなる極微小円筒状繊維（カーボンナノチューブ）の製造方法に関し、さらに詳しくは、単層円筒構造を持ち外径が 3 nm 以下に揃ったナノチューブを製造する方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 希ガスと炭化水素の混合ガス雰囲気中で、炭素電極と金属電極の間にアーク放電を起こさせ、金属と炭素を同時に蒸発させ、蒸発した金属を触媒として作用させ、チューブの外径が揃った単層カーボンナノチューブを製造する方法が考え出されている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、この従来の方法では、金属電極は温度が上昇すると溶けてしまい、放電条件を変更することで金属と炭素の割合を独立に変えることができない。そのため製造条件の制御が困難であった。

【0004】 本発明の目的は、単層カーボンナノチューブの製造条件の制御性を向上し、収率を上げるための方法を提供するものである。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明は、放電電極の一方に炭素、他方に金属と炭素の混合物を用い、原料ガスに炭化水素を用いてアーク放電で単層カーボンナノチューブを製造するとき、金属と炭素の混合物の電極として、炭素棒に穴をあけ金属線を挿入することにより形成されたものを用いる。またキャリアガスとして水素を添加する。

【0006】 電極を本発明のような構造にすることで炭素と金属の蒸発量の制御性が上がる。またキャリアガスとして水素を添加することにより、収率の向上がみられる。

## 【0007】

【実施例】 以下に本発明の実施例を図によって説明する。

【0008】 図 1 は、アーク放電による単層カーボンナノチューブ製造装置である。真空容器 1 の中に炭素棒電極（正電極）7 と金属を含む炭素棒電極（負電極）10 を設け正電極の方を可動装置 12 につなげて電極間の距離を可変とした。正電極 7 は直径 1 センチの炭素棒、負電極 10 は炭素棒に穴をあけ金属線を挿入した直径 1 センチの棒である。

【0009】 メタンガス 20 Torr、ヘリウムガス 180 Torr の雰囲気、放電電圧 30 V、放電電流 50 A でアーク放電させることで大量の単層カーボンナノチューブができた。ナノチューブの太さは 1~2 nm で従来と同じく揃っていた。

【0010】 図 2 は図 1 における金属を含む電極 10 の詳細な構造を示したものである。炭素棒電極（直径 1 センチ）の長さ方向に 1 ミリの穴を 4 個あけ、鉄線を挿入した。従来は電極 10 として金属電極を用いていたが、金属棒のみでは電極が溶けてしまう温度でも使用可能で、挿入する金属線の本数により、炭素棒表面に露出する炭素と金属の面積比を制御できるので、金属の蒸発量を制御できるようになる。

【0011】 またキャリアガスに水素をおよそ 10 Torr 添加することで、その収率がさらに 10 倍程度改善された。

## 【0012】

【発明の効果】 以上のように本発明によれば、太さの揃った単層カーボンナノチューブを大量に製造できる。

## 【図面の簡単な説明】

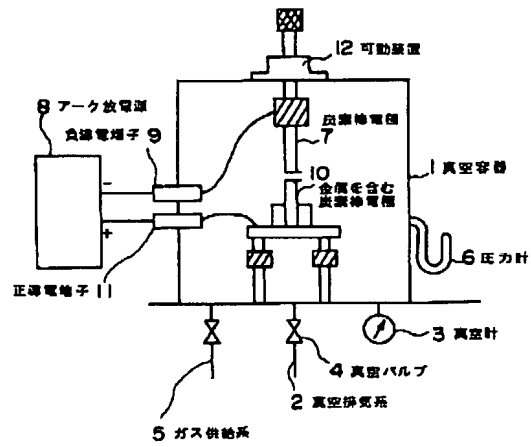
【図 1】 単層カーボンナノチューブの製造装置の概略図である。

【図 2】 金属線を挿入した炭素棒の構造を示す図である。

## 【符号の説明】

- 1 真空容器
- 2 真空排気系
- 3 真空計
- 4 真空バルブ
- 5 ガス供給系
- 6 圧力計
- 7 炭素棒電極
- 8 アーク放電源
- 9 負導電端子
- 10 金属を含む炭素棒電極
- 11 正導電端子
- 12 可動装置
- 21 金属線
- 22 炭素棒電極

【図1】



【図2】

